

# 公開実用 昭和 60— 155946

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 実用新案出願公開

⑫ 公開実用新案公報(U)

昭60-155946

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

B 01 J 19/12  
19/02

識別記号

庁内整理番号

Z-6542-4G  
6542-4G

⑭ 公開 昭和60年(1985)10月17日

審査請求 未請求 (全 頁)

⑮ 考案の名称 光反応器

⑯ 実 願 昭59-45369

⑰ 出 願 昭59(1984)3月28日

⑱ 考 案 者	逢 坂 洋 之 助	茨木市白川1-16-5
⑲ 考 案 者	園 山 平 橘	吹田市山田東4-41-2-412
⑳ 考 案 者	東 塚 崇 志	大阪府三島郡島本町若山台1丁目5番9-401号
㉑ 出 願 人	ダイキン工業株式会社	大阪市北区梅田1丁目12番39号 新阪急ビル
㉒ 代 理 人	弁理士 青 山 蓼	外2名



## 明 細 書

### 1. 考案の名称

光反応器

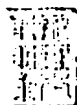
### 2. 実用新案登録請求の範囲

1. 光透過材として溶融成形可能なフルオロオレフィン重合体を用いたことを特徴とする光反応器。

2. フルオロオレフィン重合体がテトラフルオロエチレン／ヘキサフルオロプロピレン共重合体、テトラフルオロエチレン／エチレン共重合体、テトラフルオロエチレン／パーフルオロプロピルビニルエーテル共重合体、フッ化ビニリデン／ヘキサフルオロイソブチレン共重合体、クロロトリフルオロエチレン重合体またはフッ化ビニリデン重合体である実用新案登録請求の範囲第1項に記載の反応器。

### 3. 考案の詳細な説明

本考案は光反応器に関し、更に詳しくはフッ酸の如きガラス壁をエッチングする物質が存在する光反応の工業的利用を可能にする光反応器に関する



る。

光を照射して化学反応を行なう際、使用波長に応じてガラスおよび石英の如き材質を通して、光を反応系内に導入している。しかし、フッ酸が存在すると、上記材質は、エッチングされてすぐに材質表面に曇りを生じ、使用に耐えない。

フッ酸に腐食されない材質として、サファイア単結晶が使用可能であるが、非常に高価であり、工業的現実性がない。

本考案者らは、光透過材の材質について鋭意研究した結果、フッ酸が系内に存在する場合の材質として、熔融成形可能なフルオロオレフィンの重合体が適していることを見い出し、本考案を完成するに至った。上記重合体は、可視～紫外領域において良好な光透過性を有し、耐薬品性および耐熱性において非常に優れている。

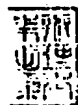
本考案の要旨は、光透過材として熔融成形可能なフルオロオレフィン重合体を用いたことを特徴とする光反応器に存する。

フルオロオレフィン重合体として、テトラフル

オロエチレン／ヘキサフルオロプロピレン共重合体、テトラフルオロエチレン／エチレン共重合体、テトラフルオロエチレン／パーフルオロプロピルビニルエーテル共重合体、フッ化ビニリデン／ヘキサフルオロイソブチレン共重合体、クロロトリフルオロエチレン重合体またはフッ化ビニリデン重合体を用いることが好ましい。フルオロオレフィン重合体の厚さは、強度を考慮して選択すべきであるが、フィルムの如き厚さのものも使用できる。大きな装置においてフィルム状のものを使用する場合、他の材質、例えば光透過性の良好な石英板で補強することが好ましい。

本考案の光透過材は、外部照射型反応器(第1, 3 および 5 図参照)および内部照射型反応器(第6 および 7 図参照)の両方に適用できる。通常、石英管(または板)にフルオロオレフィン重合体をコートしたものが、光透過材として適している。

添付図面に、本考案のいくつかの態様を示すが、本考案は、他の態様の光反応器にも適用可能であり、図面の態様だけに限定されるものではない。



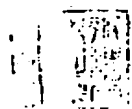
添付図面の態様について以下に説明する。

第 1 図は、液相反応系で用いられる本考案の外部照射型反応器を示す図である。

光反応器本体 11 は SUS 316 からできており、反応器に原料投入口 19 から原料を仕込む。熱交換器 14 によって反応器内温度を一定に保ち、攪拌器 15 で攪拌を行なう。矢印の方向から光がくるようにランプを置いた後、ガス入口 12 より原料ガスを導入しながら、光導入用窓 1 を通して光を原料に照射する。反応終了後、反応容器内を  $N_2$  ガスで置換してから取出口 16 から反応液を取り出す。

第 2 図は、第 1 図の光導入用窓の部分の横断面図である。光導入用窓 1 は、フルオロオレフィン重合体のコーティング 2 を反応器内側に有する石英板 3 である透過材から成る。窓 1 は、フッ素ゴム製パッキン 17 によってその両側からはさまれ、次いで窓押さえ 18 によって本体 11 に固定されている。

第 3 図は、気相反応系で用いられる外部照射型



反応器を示す図である。ガス入口 2 2 から原料ガスを本体 2 1 内に導入する。光導入用窓 4 を通して原料ガスに光を照射して反応させたガスは、ガス出口 2 3 から連続的に排出される。

第 4 図は、第 3 図の反応器の横断面図である。本体 2 1 の表面は、熱交換器 2 4 によって覆われており、反応器温度を一定に保つのが可能である。窓 4 は、石英板からできているが、ガスと接触する面に、フルオロオレフィン重合体のコーティングを有する。

第 5 図は、液相反応系で用いられる別の態様の外部照射型反応器を示す図である。第 1 図の反応器と異なって、反応器上部から光が照射される。窓 1、本体 3 1、ガス入口 3 2、ガス出口 3 3 および取出口 3 6 が示されている。

第 6 図は、液相反応系で用いられる内部照射型反応器の断面図である。ランプが反応器内部にあることを除いて、第 1 図とほぼ同様の態様である。本体 4 1 内に石英製二重管 5 およびランプ 1 (1) が挿入されている。石英製二重管の最外表面は、フ



ルオロオレフィン重合体でコートされている。石英製二重管 5 の内部には、冷却水が流れるようになっており、ランプによる反応液の加熱を防止する。反応器温度を調節するために、熱交換用蛇管 4 4 が反応器内に設置されている。取出口 4 6 から、反応液が取出される。

第 7 図は、気相反応系で用いられる内部照射型反応器の断面図である。本体 5 1 内に、石英管 6、石英製二重管 7 およびランプ 1 0 が挿入されている。ガスと接触する石英管 6 の表面は、フルオロオレフィン重合体でコートされている。石英製二重管 7 の内部に冷却水が流れるようになっている。反応器の温度調節のために熱交換用外部ジャケット 5 4 の中に熱媒が流通するようになっている。原料ガスのガス入口 5 2 からの導入、および生成ガスのガス出口 5 3 からの排出が連続的に行なわれる。

以下に実施例および比較例を示し、本考案を更に詳しく説明する。

#### 実施例 1

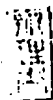


テトラフルオロエチレン／パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体(PFA)で外部コートされた(コーティング厚0.1mm)シリカ製冷却管を有する500mlの反応器(第6図参照)に、含フッ素ポリエーテル( $\text{CH}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O}$ )<sub>n</sub>を仕込み、100℃に加熱し、ガス入口よりF<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>混合ガス(モル比50/50)を1000ml/分で導入しながら450W紫外線ランプで照射した。約100時間後照射をやめ、反応器内をN<sub>2</sub>ガスで置換して反応を終了させると、パーフルオロポリエーテル( $\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O}$ )<sub>n</sub>が収率95%で生成していた。反応前と後でのシリカ製冷却管の外観および透過性における変化はみられなかった。

#### 実施例2

実施例1と同じフッ素系溶融樹脂でコートされた(コーティング厚0.1mm)石英板窓を有し、150℃に保たれている反応器(第3図参照)に、CHCl<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>Cl、O<sub>2</sub> およびCl<sub>2</sub>(モル比10:10:1)のガスを200ml/分で導入





しながら450W紫外線ランプで照射すると、ガス出口の生成ガスは70%の収率で $CF_2$ 、 $CO$ 、 $CO_2$ 、 $COCl_2$ を含んでいた。24時間連続的にガスを流通した後、 $N_2$ ガス置換し、反応を停止した。石英板窓の光透過率は、ガス流通終了後も100%のままであった。

#### 比較例

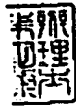
フッ素系溶融樹脂でコートされていない石英板窓を用い、原料ガスを連続的に流通させる時間を10時間とする以外は実施例2を繰り返した。ガス流通終了後の石英板表面は、真白にエッチングされており、石英板の光透過率は30%以下であった。生じるHFによって腐食されたと考えられる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は、液相反応系で用いられる本考案の外部照射型反応器を示す図、

第2図は、第1図の光導入用窓の部分の横断面図、

第3図は、気相反応系で用いられる外部照射型反応器を示す図、



第4図は、第3図の反応器の横断面図、

第5図は、液相反応系で用いられる別の態様の外部照射型反応器を示す図、

第6図は、液相反応系で用いられる内部照射型反応器の断面図、

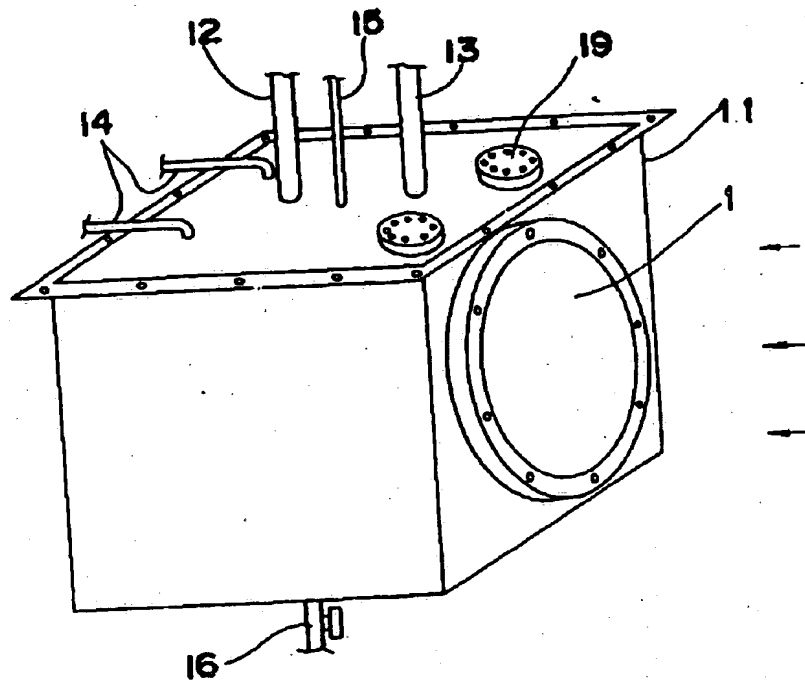
第7図は、気相反応系で用いられる内部照射型反応器の断面図である。

1, 4…光導入用窓、 2…コーティング、  
3…石英板、 5, 6, 7…石英管、 10…ランプ、  
11, 21, 31, 41, 51…本体、  
12, 22, 32, 42, 52…ガス入口、  
13, 23, 33, 43, 53…ガス出口、  
14, 24, 44, 54…熱交換器、 15,  
45…攪拌器、 16, 36, 46…取出口、  
17…フッ素ゴム、 18…窓押さえ、 19…  
原料投入口。

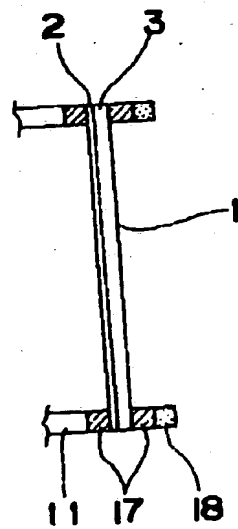
実用新案登録出願人 ダイキン工業株式会社

代理人 弁理士 青山 篠 外2名

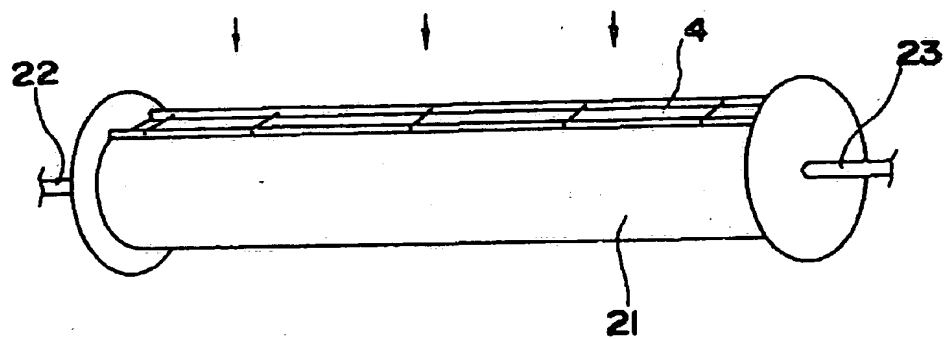
第 1 図



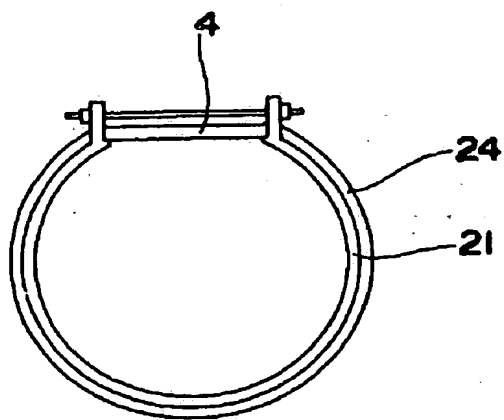
第 2 図



第 3 図



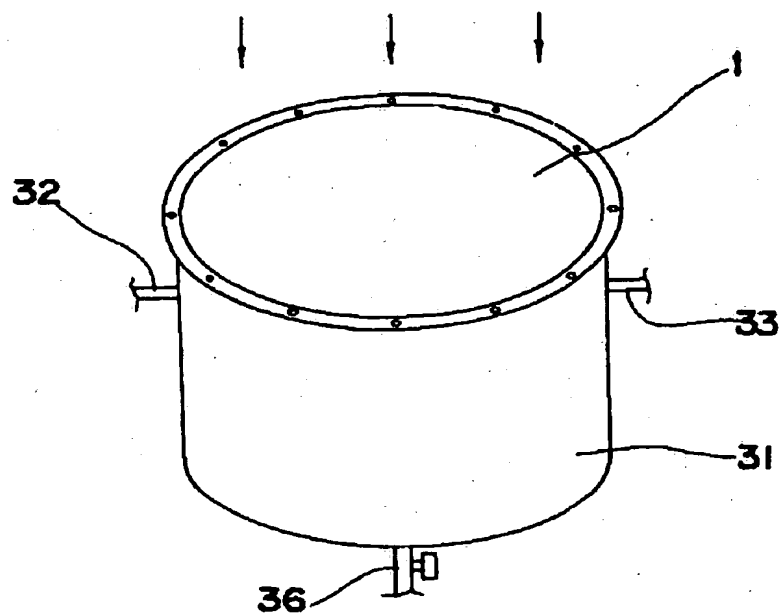
第 4 図



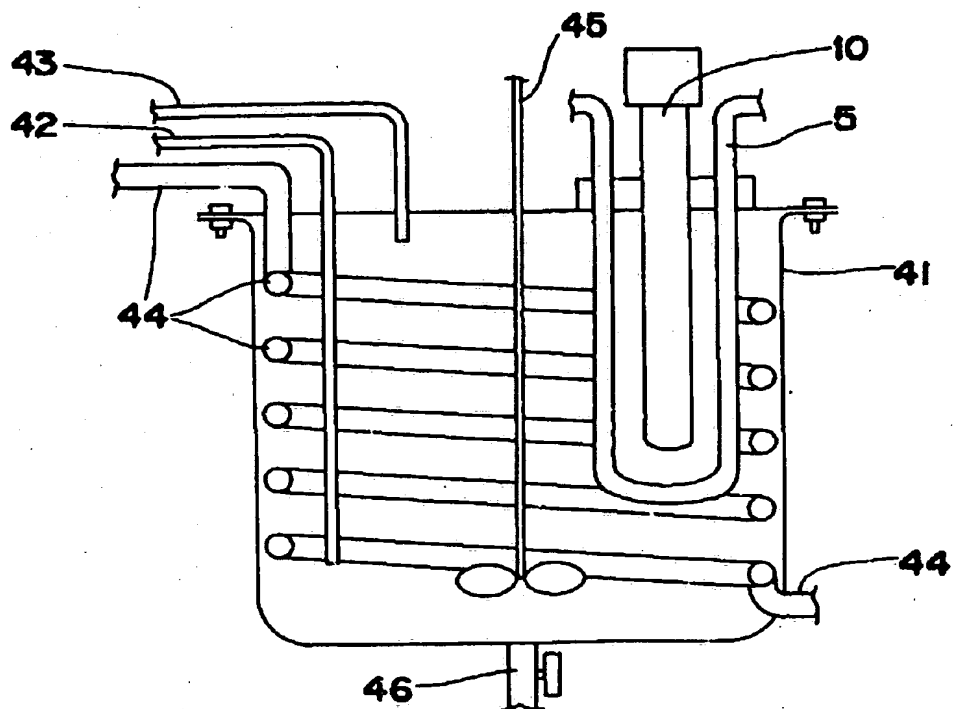
442

実開60-155946

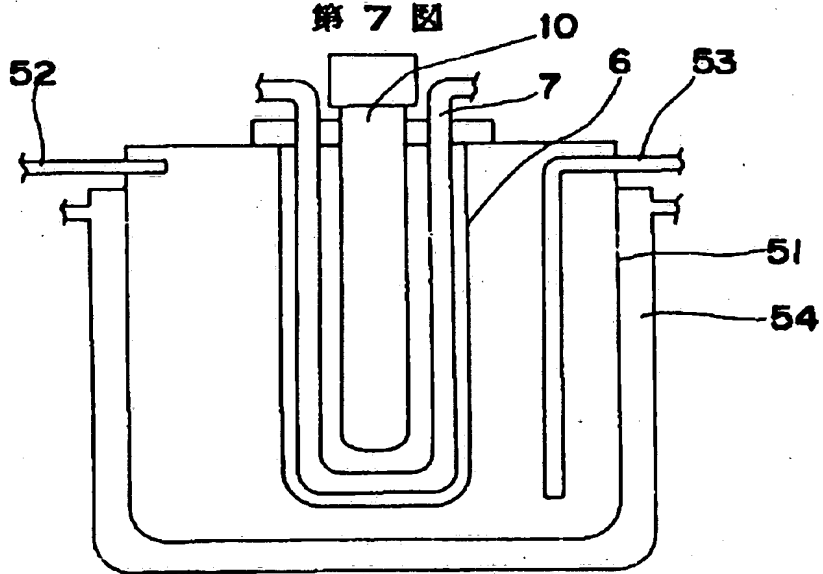
第 5 図



第 6 図



第 7 図



444

実開60-15946